

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-160992

(43)Date of publication of application : 04.06.2002

(51)Int.Cl.

C06D 5/00

B01J 7/00

B60R 21/26

C06B 31/28

C06B 43/00

C06D 5/06

(21)Application number : 2001-243088

(71)Applicant : NIPPON KAYAKU CO LTD

(22)Date of filing : 10.08.2001

(72)Inventor : KUNIKATA KENJI

SATO HIDEFUMI

KUBO HIROMICHI

IKEDA KENJIRO

(30)Priority

Priority number : 2000276902 Priority date : 12.09.2000 Priority country : JP

(54) GAS GENERATING AGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a mixture of moldings which improves the ignitability of a phase stabilized ammonium nitrate(PSAN) and 5,5'-bi-1H-tetrazole(BHT) ammonium-based gas generating agent of which the combustion rate is high but the ignitability is inferior. SOLUTION: The mixture is prepared by mixing a molding of a molded gas-containing agent which contains PSAN and BHT ammonium with another molded gas-containing agent which contains strontium nitrate and 5- aminotetrazole.

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1]at least -- a -- an ingredient -- containing -- the generation of gas -- an agent -- a constituent -- A -- a molded product -- A -- ' -- and -- b -- an ingredient -- containing -- the generation of gas -- an agent -- a constituent -- B -- a molded product -- B -- ' -- from -- becoming -- a -- an ingredient -- b -- an ingredient -40 -- \*\* - 120 -- \*\* -- setting -- an interaction -- producing -- a thing -- it is -- things -- the feature -- carrying out -- the generation of gas -- an agent .

[Claim 2]The generation-of-gas agent according to claim 1 which is an interaction which gives a fusion phenomenon for a generation-of-gas phenomenon according [ the above-mentioned interaction ] to an acid-base reaction and an oxidation-reduction reaction, and/or melting point lowering by eutectic-izing.

[Claim 3]both molded product A' and B' -- although -- the generation-of-gas agent according to claim 1 or 2 surface area / whose volume ratio is  $0.3-6 \text{ mm}^{-1}$ .

[Claim 4]The generation-of-gas agent according to any one of claims 1 to 3 whose a ingredient is ammonium nitrate.

[Claim 5]The generation-of-gas agent according to any one of claims 1 to 4 whose b ingredient is one sort chosen from 5-aminotetrazole, 5-aminotetrazole and metal salt, nitroguanidine, and a guanidine nitrate, or two sorts or more.

[Claim 6]The generation-of-gas agent constituent A A phase stabilization ammonium nitrate and 5,5'-\*\* - 1H-tetrazole, The generation-of-gas agent containing one sort chosen from 5,5'-\*\* - 1H-tetrazole monoammonium salt and 5,5'-\*\* - 1H-tetrazole diammonium salt, or two sorts or more according to any one of claims 1 to 5.

[Translation done.]

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the generation-of-gas agent for air bags. It is related with the mixture of the generation-of-gas agent constituent molded product for low residue air bags which serves as working medium in the air bag system offered in detail for the human body protection carried in means of transportation, such as a car.

[0002]

[Description of the Prior Art] Although sodium azide is used as the base as a generation-of-gas agent used for the air bag system now, toxicity of sodium azide is very strong and it needs to carry out manufacture of a constituent, and handling special in the case of abandonment. Therefore, research of the generation-of-gas agent of non-sodium azide prospers, and it applies for many patents. However, in order that the many might raise the rate of combustion of a generation-of-gas agent, as an oxidizer which constitutes a generation-of-gas agent, saltpeter, sodium nitrate, strontium nitrate, potassium perchlorate, etc. were used abundantly, as a result, combustion residue increased, and the gasification rate was low. As a generation-of-gas agent, the rise of a gasification rate, increase of a gas yield, and a fall of combustion heat came to be desired with the request of miniaturization of an air bag system. Since ammonium nitrate (ammonium nitrate) will generate only nitrogen and water and will not produce solid residue as an oxidizer if it is burned completely, it is considered to be an oxidizer with which any demand is filled, but many difficult problems are also held. Generally, the rate of combustion is bad slow, or ignitionability has the character which carries out detonation, and the ammonium nitrate cannot deal with the mixture with fuel easily. As fuel, to U.S. Pat. No. 5,531,941 and 5,783,773. Nitric acid triamino guanidine (TAGN) as fuel to U.S. Pat. No. 5,641,938, 5,545,272, Patent Publication Heisei 11-502497, and WO98/04507. 5,5'-\*\*-(1H-tetrazole . diammonium salt (BHT and  $2\text{NH}_3$ )) is proposed for nitroguanidine (NQ)

by United States patent 5,872,329, respectively. However, although the rate of combustion of TAGN is quick, there is detonation nature, and TAGN has the toxicity of a chromosomal aberration and it is hard to use it in combination with an ammonium nitrate. Too, ignitionability is not good, and makes an ammonium nitrate and an eutectic mixture, NQ becomes lower than the melting point of an ammonium nitrate, and heat resistance is a little inferior in it as a result. BHT and  $2\text{NH}_3$  have very bad ignitionability, although heat resistance is good. Although ignitionability is good very much, there is detonation nature, sensitivity of BHT is very as high as 1.6 kg, at the time of manufacture of BHT, an accident may happen and the BHT itself and BM type friction sensitivity cannot supply it from a commercial scene. Although 5-aminotetrazole (5ATZ) has the quick rate of combustion and it burns also in combination with an ammonium nitrate, 5ATZ makes an ammonium nitrate and an eutectic mixture, the melting point falls, and there is no guarantee which is equal to the heat test of 107 \*\*x 400 hours.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although good ignitionability, sufficient rate of combustion, a high gasification rate, many gas yields, and sufficient heat resistance are demanded of the generation-of-gas agent which consists of fuel and an ammonium nitrate, as stated above, the nitrogen containing compound (fuel) which should be put together is not yet found out. This invention makes it SUBJECT to obtain a good generation-of-gas agent, while

combining in this way uses difficult ingredients.

[0004]

[Means for Solving the Problem] This invention persons result in this invention, as a result of repeating research wholeheartedly, in order to solve above-mentioned SUBJECT. namely, -- this invention -- ( -- one -- ) -- at least -- a -- an ingredient -- containing -- the generation of gas -- an agent -- a constituent -- A -- a molded product -- A -- ' -- and -- b -- an ingredient -- containing -- the generation of gas -- an agent -- a constituent -- B -- a molded product -- B -- ' -- from -- becoming. A generation-of-gas agent, wherein a ingredient and b ingredient are what produces an interaction in  $-40^{\circ}\text{C}$  --  $120^{\circ}\text{C}$ , (2) A generation-of-gas agent given in (1) which is an interaction which gives a fusion phenomenon for a generation-of-gas phenomenon according [ the above-mentioned interaction ] to an acid-base reaction and an oxidation-reduction reaction, and/or melting point lowering by eutectic-izing, (3) both molded product A' and B' -- although -- (1) surface area / whose volume ratio is  $0.3\text{--}6\text{ mm}^{-1}$ , or a generation-of-gas agent given in (2). (4) A generation-of-gas agent given in either of (1) -- (3) whose a ingredients are ammonium nitrate, b ingredient (5) 5-aminotetrazole, 5-aminotetrazole, and metal salt, A generation-of-gas agent of a statement and (6) generation-of-gas agent constituent A to either of (1) -- (4) which is one sort chosen from nitroguanidine and a guanidine nitrate, or two sorts or more A phase stabilization ammonium nitrate and 5,5'-\*\*-- 1H-tetrazole, It is related with either of (1) -- (5) containing one sort chosen from 5,5'-\*\*-- 1H-tetrazole monoammonium salt and 5,5'-\*\*-- 1H-tetrazole diammonium salt, or two sorts or more, without a generation-of-gas agent of a statement.

[0005]

[Embodiment of the Invention] this invention -- the generation of gas -- an agent -- at least -- a -- an ingredient -- containing -- the generation of gas -- an agent -- a constituent -- A -- a molded product -- A -- ' -- and -- b -- an ingredient -- containing -- the generation of gas -- an agent -- a constituent -- B -- a molded product -- B -- ' -- from -- becoming -- a -- an ingredient -- b -- an ingredient -- an interaction -- producing -- carrying out -- a thing -- it is . By mixing together, change of physical properties, etc. arise and the interaction of a ingredient and b ingredient shows the operation that early combustion characteristics are no longer acquired. Even if what is produced within the limits of  $-40^{\circ}\text{C}$  --  $120^{\circ}\text{C}$  in this invention is meant and an interaction arises at the time of very low temperature  $-40^{\circ}\text{C}$  [ or less ] or a not less than  $120^{\circ}\text{C}$  elevated temperature, it does not become a problem, applying this interaction to use from manufacture of a generation-of-gas agent.

[0006] As a concrete interaction, an acid-base reaction, an oxidation-reduction reaction, eutectic-ization, etc. can be illustrated. Although some are various as a which produces an acid-base reaction, and a b ingredient, the combination of the ammonium nitrate as an oxidizer and 5-aminotetrazole potassium salt as a fuel component, etc. can be illustrated. An ammonium nitrate and 5-aminotetrazole potassium salt will become potassium nitrate, 5-aminotetrazole, and ammonia by an acid-base reaction, if it mixes together. Combination which generates water by an acid-base reaction is also included in the interaction as used in the field of this invention. As a which causes an oxidation-reduction reaction, and a b ingredient, some are various, and it contains to the oxidation-reduction reaction which occurs from the oxidation-reduction reaction like the combustion reaction which emits a flame over many hours gently. Although some are various as a,b ingredients which produce eutectic-ization, in the combination of an ammonium nitrate and 5-aminotetrazole, it is  $108^{\circ}\text{C}$ , and will dissolve by melting point lowering by eutectic-izing at  $109^{\circ}\text{C}$  in the combination of an

ammonium nitrate and nitric acid aminoguanidine, respectively, for example.

[0007]As for the generation-of-gas agent constituents A and B containing a and b ingredient, it is preferred that it is a thing containing a fuel component and oxidizing agent components including a and b ingredient. For example, the generation-of-gas agent constituent A burns to fitness, in order that only an oxidizing agent component may also be a case where it becomes only by a fuel component and may use the generation-of-gas agent constituent B combining molded products in this invention, but. Since it can burn independently if the both sides of a fuel component and an oxidizing agent component are included in the generation-of-gas agent constituents A and B, it can be made to light easily. Additive agents, such as a slag formation agent and a binder, can be added.

[0008]As a fuel component used by this invention, a nitrogen-containing compound is preferred and A guanidine derivative, One sort or two sorts or more of mixtures etc. which are chosen from the group which comprises a tetrazole derivative, a BITETORAZORU derivative, a triazole derivative, a hydrazine derivative, a triazine derivative, an AZOJI carvone amide derivative, a JISHIANAMIDO derivative, and a nitrogen-containing transition metal complex are mentioned. As these examples, nitroguanidine, a guanidine nitrate, 5-aminotetrazole, BITETORAZORU diammonium salt, 5-oxo 1,2,4-triazole, Cyanoguanidine, a triamino guanidine nitrate, TORIHIDORAJINO triazine, Biuret, AZOJI carvone amide, BIUREA, carbohydrazide, A carbohydrazide transition metal complex nitrate, oxalic acid dihydrazide, a hydrazine metal complex nitrate, NATORIUMUJI cyanamid, a bis(dicyandiamide)copper (I) nitrate, the copper complex of 5-aminotetrazole, etc. can be mentioned.

[0009]Although various things can be used as an oxidizer used for the generation-of-gas agent constituent concerning this invention, The nitrate containing the cation chosen from ammonium, ammonium, an alkaline metal, alkaline-earth metals, or a transition metal, At least one sort of oxidizers chosen from the group which consists of nitrite salt, a perchlorate, chlorate, hydroxide, and an oxide are preferred, and ammonium nitrate (ammonium nitrate), sodium nitrate, potassium nitrate, a magnesium nitrate, strontium nitrate, a basic cupric nitrate, etc. are mentioned as the example. Transition metal complexes, such as a diammine copper (II) nitrate and hexa ammine cobalt (III), can also be used. The phase stabilization ammonium nitrate (PSAN) of an ammonium nitrate which added five to 20% of the weight, and stabilized saltpeter is preferred. PSAN stable with the transition metal amine nitrate especially the diammine copper (II) nitrate, the diammine zinc (II) nitrate, the diammine nickel (II) nitrate, etc. and PSAN stable by other substances can also be used.

[0010]The function of the slag formation agent in the generation-of-gas agent constituent concerning this invention, It is a function which is changed into a solid state from the shape of liquid, and is stopped to a combustion chamber in order to avoid emitting out of an inflator by making into mist the oxide of the alkaline metal or alkaline-earth metals in a generation-of-gas agent constituent generated especially by decomposition of an oxidizing agent component, The slag formation agent optimized by the difference in a metallic component can be chosen.

[0011]As an example of a slag formation agent, an acid earth, silica, a bentonite system, Clay which produces aluminosilicates, such as a kaolin system, to the nature used as the main ingredients; Synthetic mica, Talc etc. which are one sort of artificial clay; hydrous magnesium silicate minerals, such as synthetic kaolinite and synthetic smectite; the slag formation agent chosen from at least one sort, such as alumina and aluminium hydroxide, is mentioned, and an acid earth, alumina, or silica is preferred in these.

[0012]Although a slag formation agent is not indispensable in this invention, it is dramatically

effective to add a proper quantity into a generation-of-gas agent constituent. the blending ratio in the case of adding a slag formation agent -- the generation-of-gas agent constituents A and B -- although it is changeable in 1 to 20% of the weight of the range about each, it is 3 to 10% of the weight of a range preferably. If too large, the fall of a linear burning rate and decline in generation-of-gas efficiency will be brought about, and if too small, slag organization potency cannot be demonstrated enough.

[0013] If it does not have a large adverse effect on the burning behaviour of a constituent, it is [ binder / in the generation-of-gas agent constituent concerning this invention ] usable in either. As an example of the binder used for this invention, Metal salt of carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, Cellulose acetate, cellulose propionate, cellulose acetate butyrate, a nitrocellulose, Polysaccharide derivatives, such as microcrystalline cellulose, polyvinyl alcohol, Cyamopsis Gum, and starch, Metal salt of calcium stearate, polyacrylamide, polyacrylic acid, and polyacrylic acid, Inorganic binders, such as organic binders, such as polyvinylpyrrolidone, or molybdenum disulfide, an acid earth, talc, bentonite, diatomite, kaolin, silica, alumina, and synthetic hydrotalcite, are mentioned. Although a binder is not indispensable in this invention, it is dramatically effective to add a proper quantity into a generation-of-gas agent constituent. the blending ratio in the case of adding a binder -- the generation-of-gas agent constituents A and B -- 0 to 15% of the weight of the range is preferred about each. Although the disruptive strength of a molding body becomes strong more by many [ quantitatively ] sides, it is not desirable in order for the number of the carbon element in a constituent and hydrogen elements to increase, and for the concentration of the minute amount CO gas which is the incomplete combustion output of a carbon element to increase or to reduce a linear burning rate so that there is much quantity.

[0014] The combustion modifier for adjusting combustion of a generation-of-gas agent to a generation-of-gas agent constituent in this invention can be added. As a combustion modifier which can be used, be [ what is necessary / just although combustion of a generation-of-gas agent can be adjusted ], specifically, Carbon, such as transition metal oxides, such as iron oxide, nickel oxide, copper oxide, a zinc oxide, manganese oxide, chrome oxide, cobalt oxide, molybdenum oxide, vanadium oxide, and tungstic oxide, activated carbon, graphite, carbon black, can be illustrated. the blending ratio of a rate-of-combustion modifier -- the generation-of-gas agent constituents A and B -- it is alike, respectively, and it receives and is usually 0 to 5 % of the weight preferably zero to 10% of the weight.

[0015] what is necessary is for there not to be necessarily the necessity that oxygen balance is taken by the generation-of-gas agent constituent A and a B [ of each ] independent, and to mix as B' and just to make it oxygen balance be molded product A' and what is suitable as a generation-of-gas agent, when blending a fuel component and an oxidizer with the generation-of-gas agent constituents A and B Therefore, for example, the generation-of-gas agent constituent A can be made oxygen balance negative, the generation-of-gas agent constituent B can be made oxygen balance positive, and oxygen balance can be adjusted molded product A' and by mixing B'. For this reason, although the oxygen balance of the generation-of-gas agent constituent A and the generation-of-gas agent constituent B can be set up suitably, it is preferred that they are  $-0.2 - 0.0$  g/g, and  $0.0 - +0.2$  g/g, and it is preferred that they are especially  $-0.1 - 0.0$  g/g, and  $0.0 - +0.1$  g/g.

[0016] Although the blending ratio of the nitrogen-containing compound as a fuel component in the generation-of-gas agent constituents A and B concerning this invention changes with number of the elements in which the carbon element in a molecular formula, a hydrogen

element, and others oxidize, more specifically, Molded product A' and when it mixes as B' and is considered as a generation-of-gas agent, it is preferred to adjust so that it may usually become 10 to 70% of the weight of a range, and it is preferred especially to adjust so that it may become 15 to 60% of the weight of a range. On the other hand, although a numerical value changes absolutely with the fuel component, other kinds, and quantity for which the blending ratio of the oxidizer in the generation-of-gas agent constituents A and B concerning this invention is used, Molded product A' and when it mixes as B' and is considered as a generation-of-gas agent, it is preferred to adjust so that it may become 30 to 90% of the weight of a range, and it is preferred to adjust so that it may become 40 to 85% of the weight of a range especially.

[0017]The generation-of-gas agent constituents A and B of this invention can be manufactured with the wet process which mixes a fuel component, an oxidizer, etc. under existence of a dry method or water, an organic solvent, etc. which it is powdered and are mixed. These generation-of-gas agent constituents A and B as molded product A' and a forming process made into B'. For example, compression molding can be carried out using a tableting machine, a pellet and a disk are ground, or it can be made a pellet, or compression molding can be carried out using a disk molding machine, and it can be made a disk, or can be made granulation using granulator, or extrusion molding (nonporous, a solitary foramen, porosity) can be carried out using a companding machine (extruding press machine). It can roll and can also mold in film state or tabular.

[0018]These molding methods can be suitably chosen according to the character etc. which it is going to give to the cast of a generation-of-gas agent constituent. For example, when compression forming is applied, there is a tendency for a binder not to be needed for shaping, or no inflammable fall to be since little may be sufficient. Since it is easier than compression forming to fabricate what has a thin web when an extrusion method is applied, mold goods can be obtained also by the late presentation of the rate of combustion. The extrusion method is fit for mass production, in order that shaping may end comparatively for a short time. Since size of mold goods can be enlarged when the rate of combustion is a quick presentation, manufacturing efficiency can be raised more. In addition, since complicated [nonporous, a solitary foramen, porosity, etc.] -shaped mold goods can be manufactured when an extrusion method is applied, various combustion characteristics can be given.

[0019]The generation-of-gas agent of this invention sets, fabricate independently the generation-of-gas agent constituents A and B which contain a ingredient which produces the above interactions, and b ingredient, respectively, and Molded product A', B', and nothing. These can be mixed, and it can be considered as a generation-of-gas agent, and can suppress effectively by this that a ingredient and b ingredient carry out direct contact, and reduction of an interaction can be achieved. a ingredient and b ingredient which the contact with a ingredient and b ingredient is restricted to the thing on the molded product surface of molded product A' and molded product B', and have this in the inside of a molded product are because it does not contact. For this reason, the shape of a molded product has the advantageous one where the surface area of per weight (volume) is smaller, surface area/volume ratio — desirable —  $0.3\text{--}6\text{mm}^{-1}$  — it is preferably good  $1.0\text{--}5.0\text{--mm}^{-1}$  and to adjust so that it may become  $1.2\text{--}4.0\text{--mm}^{-1}$  preferably especially. Although its globular form with the smallest surface area per volume is good, since the shape of a molded product may be difficult to fabricate, its cylindrical shape which is the shape near a globular form is

preferred.

[0020]Although the generation-of-gas agent of this invention is obtained molded product A' and by mixing B' as mentioned above, it can also add additive agents, such as the molded product and combustion regulator of another generation-of-gas agent constituent, and a slag binder, etc. to the mixture of molded product A' and B'. a ingredient which produces the ingredient and interaction in the generation-of-gas agent constituents A and B as another generation-of-gas agent constituent, The generation-of-gas agent constituent (the generation-of-gas agent constituent C is described below) containing the 3rd ingredient (it is described as c ingredient below) other than b ingredient can be used, According to the explanation related in the above-mentioned a ingredient and b ingredient, the generation-of-gas agent constituent C can be used as a molded product (it is described as molded product C' below), molded product A' - C' can be mixed, and it can be considered as a generation-of-gas agent. The 4th ingredient (d ingredient) is also the same.

[0021]Next, while the generation-of-gas agent which used the phase stabilization ammonium nitrate as an a ingredient, and used tetrazoles etc. as a b ingredient is shown as an example, it explains in detail. As mentioned above, when a generation-of-gas agent constituent is manufactured in this combination, melting point lowering by eutectic-izing arises, and PSAN dissolves below 120 \*\*.

[0022]As for the generation-of-gas agent constituent A, not less than 80% of the gasification rate which uses a phase stabilization ammonium nitrate (PSAN) as the main ingredients is not less than 94% of generation-of-gas agent constituent especially preferably not less than 90% still more preferably not less than 85% preferably as an oxidizing agent component. As other oxidizing agent components, transition metal complexes, such as potassium nitrate, sodium nitrate, strontium nitrate, potassium perchlorate, sodium perchlorate, ammonium perchlorate, a diammine copper (II) nitrate, and trinitro TORIAMMIN cobalt (III), etc. may be added. The quantity of the oxidizing agent component in the generation-of-gas agent constituent A is 30 to 95 % of the weight usually 50 to 80 % of the weight more preferably 40 to 90% of the weight. Weight % of PSAN in an oxidizing agent component is usually 70-100% preferably 40 to 100%. What has heat resistance good combining an ammonium nitrate as a fuel component is good, 5,5'-\*\* 1H-tetrazole (BHT), 5,5'-\*\* 1H-tetrazole diammonium salt (BHT and  $2\text{NH}_3$ ), 5,5'-\*\* 1H-tetrazole monoammonium salt (BHT- $\text{NH}_3$ ), Nitroguanidine (NQ)5-aminotetrazole and zinc salt, 5-hydroxytetrazole, 5-hydroxytetrazole and zinc salt, 5-cyanotetrazole, 5-cyanotetrazole, and zinc salt, 5-cyanotetrazole ammonium salt, 5-nitrotetrazole, 5-nitrotetrazole ammonium salt, 5-nitrotetrazole and zinc salt, One or more sorts are chosen from 5-nitroaminotetrazole, 5-nitroaminotetrazole and zinc salt, 5-carbamoyltetrazole, a bis (dicyandiamide)copper (I) nitrate, the copper complex of 5-aminotetrazole, a carbonylhydrazide transition metal complex nitrate, etc. The quantity of the fuel component in the generation-of-gas agent constituent A is 10 to 70 % of the weight usually 20 to 50 % of the weight more preferably 15 to 60% of the weight. In order to adjust the rate of combustion, transition metal oxides, such as iron oxide, nickel oxide, copper oxide, a zinc oxide, manganese oxide, chrome oxide, titanium oxide, cobalt oxide, molybdenum oxide, tungstic oxide, and vanadium oxide, and rate-of-combustion modifiers, such as activated carbon, may be added. A rate-of-combustion modifier is usually 0 to 5 % of the weight preferably zero to 10% of the weight among the generation-of-gas agent constituent A.

[0023]The generation-of-gas agent constituent B is a generation-of-gas agent constituent

which does not contain a phase stabilization ammonium nitrate (PSAN) as an oxidizing agent component, and is a molded product of a generation-of-gas agent with combustion durability quick the rate of combustion and sufficient [ heat resistance is good and ignitionability is good, and ]. Strand combustion linear velocity usually under nitrogen  $70 \text{ kg/cm}^2$  Not less than  $10 \text{ mm/sec}$ . It is preferably good to adjust so that not less than  $30 \text{ mm/[ sec and ]}$  and combustion heat may serve as  $3000\text{--}4500 \text{ J/g}$   $2500 \text{ to } 5000 \text{ J/g}$   $2000 \text{ to } 6000 \text{ J/g}$  more preferably not less than  $20 \text{ mm/sec}$ . One or more sorts can be chosen from an alkaline metal nitrate, an alkaline earth metal nitrate, perchloric acid alkali, ammonium perchlorate, and a basic metal nitrate as an oxidizing agent component. For example, sodium nitrate, potassium nitrate, strontium nitrate, potassium perchlorate, sodium perchlorate, ammonium perchlorate, a basic cupric nitrate, etc. are mentioned. The quantity of an oxidizing agent component is 30 to 90 % of the weight usually 50 to 70 % of the weight more preferably 40 to 80% of the weight among the generation-of-gas agent constituent B. It is preferred to use the 2nd fuel component used as the 1st fuel component used as main fuel and auxiliary fuel as a fuel component. 5-aminotetrazole which melting point lowering, the generation of gas, etc. by eutectic-izing produce as the 1st fuel component when combined with an ammonium nitrate, Tetrazoles, such as 5-aminotetrazole potassium salt and 5-aminotetrazole sodium salt, Guanidine, such as triazoles, such as 3-amino-1,2,4-triazole and 3-amino 5-nitro 1,2,4-triazole, nitroguanidine, a guanidine nitrate, nitric acid aminoguanidine, nitric acid diaminoguanidine, and nitric acid triamino guanidine, is mentioned. One or more sorts can be chosen from these. As the 2nd fuel component, in order to make the rate of combustion increase, one or more sorts of next fuel may be added. Namely, 5-nitro 1,2,4-triazole 3-one, 3-nitroamino 1,2,4-triazole, Triazoles, such as 3-nitro 1,2,4-triazole, 5-aminotetrazole and zinc salt, 5-aminotetrazole magnesium salt, 5-hydroxytetrazole, 5-hydroxytetrazole potassium salt, 5-hydroxytetrazole sodium salt, 5-hydroxytetrazole and zinc salt, 5-hydroxytetrazole magnesium salt, 5-nitrotetrazole, 5-nitrotetrazole potassium salt, 5-nitrotetrazole sodium salt, 5-nitrotetrazole and zinc salt, 5-nitrotetrazole magnesium salt, 5-nitrotetrazole ammonium salt, 5-nitroaminotetrazole, 5-nitroaminotetrazole potassium salt, 5-nitroaminotetrazole sodium salt, 5-nitroaminotetrazole and zinc salt, 5-nitroaminotetrazole magnesium salt, 5-cyanotetrazole, 5-cyanotetrazole potassium salt, 5-cyanotetrazole sodium salt, 5-cyanotetrazole and zinc salt, 5-cyanotetrazole magnesium salt, Tetrazoles, such as 5-cyanotetrazole ammonium salt and 5-carbamoyltetrazole, a bis(dicyandiamide)copper (I) nitrate, the copper complex of 5-aminotetrazole, a carbohydrazide transition metal complex nitrate, etc. are mentioned. The quantity of the fuel component in the generation-of-gas agent constituent B is 10 to 70 % of the weight usually 30 to 50 % of the weight more preferably 20 to 60% of the weight. In order to adjust the rate of combustion, carbon, such as transition metal oxides, such as iron oxide, nickel oxide, copper oxide, a zinc oxide, manganese oxide, chrome oxide, cobalt oxide, molybdenum oxide, tungstic oxide, and vanadium oxide, activated carbon, graphite, carbon black, may be added. A rate-of-combustion modifier is usually 0 to 5 % of the weight preferably zero to 10% of the weight among the generation-of-gas agent constituent B.

[0024]The example of concrete combination of the above-mentioned generation-of-gas agent constituents A and B is shown below.

Generation-of-gas agent constituent A:PSAN, BHT and a  $2\text{NH}_3$  generation-of-gas agent

constituent B : 1) Strontium nitrate, 5-aminotetrazole 2 generation-of-gas agent constituent

A:PSAN, the BHT-NH<sub>3</sub> generation-of-gas agent constituent B : Strontium nitrate, 5-aminotetrazole 3 generation-of-gas agent constituent A:PSAN, NQ generation-of-gas agent constituent B : Strontium nitrate, 5-aminotetrazole 4 generation-of-gas agent constituent A:PSAN, BHT-NH<sub>3</sub>, BHT and a 2NH<sub>3</sub> generation-of-gas agent constituent B : Strontium nitrate, NQ, guanidine nitrate 5 generation-of-gas agent constituent A:PSAN, BHT and a 2NH<sub>3</sub> generation-of-gas agent constituent B : Strontium nitrate, 5-aminotetrazole potassium salt 6 generation-of-gas agent constituent A:PSAN, 5-hydroxytetrazole generation-of-gas agent constituent B: Strontium nitrate, 5-aminotetrazole, guanidine nitrate 7 generation-of-gas agent constituent A:PSAN, BHT and 2NH<sub>3</sub> generation-of-gas agent constituent B:strontium nitrate, a basic cupric nitrate, a guanidine nitrate [0025]The above-mentioned generation-of-gas agent constituents A and B are fabricated, molded product A' and after considering it as B', it mixes and a generation-of-gas agent is obtained. Preferably the rate of molded product A' in a generation-of-gas agent 50 to 99% of the weight usually 50 to 95 % of the weight, It is 80 to 90 % of the weight especially preferably, and the rate of molded product B' is usually 10 to 20 % of the weight especially preferably seven to 30% of the weight five to 50% of the weight one to 50% of the weight 70 to 93% of the weight more preferably.

[0026]In addition to above-mentioned molded product A' and B', it can be considered as a generation-of-gas agent using the molded product of the 3rd generation-of-gas agent constituent. It is preferred to use the molded product of the constituent aiming at reduction of NOX in inflammable improvement and generating gas, CO, etc. as 3rd generation-of-gas agent constituent. The auxiliary compound which improves the performance of a generation-of-gas agent, or a constituent may be sufficient.

[0027]usually — although it mixes uniformly and molded product A' and B' consider it as a generation-of-gas agent — molded product A' and B' — between — ignitionability etc. — etc. — when combustion characteristics have a difference, by the generation-of-gas agent which consists of one sort of conventional constituents, the impossible combustion adjustment is attained from being unevenly filled up to a gas generator. For example, by the above-mentioned example, since the generation-of-gas agent constituent B has good ignitionability compared with the generation-of-gas agent constituent A, on the whole, the ignition combustion of the generation-of-gas agent at the time of the operation of a gas generator can be brought forward by arranging mostly near the lighter of a gas generator.

[0028]

[Example]Although an example and a comparative example are given to below and this invention is concretely explained to it, this invention is not limited only to these examples. % in an example is weight % unless it mentions specially.

[0029]The ammonium nitrate stable by saltpeter [ example 1 ammonium nitrate / ] =85 / 15 (wt ratio) (PSAN15): 74.51% and BHT-NH<sub>3</sub>:25.49% were enough mixed with the mortar, and it fabricated with the hydraulic press. A cylindrical molded product 8 mm in diameter and 2.4 mm in height was obtained. (Surface area/volume = 1.33 mm<sup>-1</sup>). The combustion experiment used the cylinder made from 40cc stainless steel for generation-of-gas agent evaluation. In about 2.6-cc cup made from aluminum placed on an orifice 11 mm in diameter. weighing about 0.8 g precisely and adding the above-mentioned cylindrical molded product — further — about [ Nippon Kayaku generation-of-gas agent ATSN (5-aminotetrazole / strontium nitrate system,

diameter 5 mm, height 1.5-mm cylindrical molded product (surface area/volume =  $2.13 \text{ mm}^{-1}$ ) ] — 0.2g was weighed precisely and added. Then, Squibb, Nippon Kayaku (a zirconium / perchloric-acid potassium system): It lit in Squibb (dose 0.24g). The pressure-time curve of the combustion reaction was made to record on an oscilloscope, and data analysis was conducted with the personal computer.

Result: Although the heat-resistant examination of Pmax(maximum pressure) = 8.1MPa107 \*\*x 400 hours was done tPmax(time to reach maximum pressure) = 78ms, it is a rate of weight loss. It was 0.02 % of the weight. Weld of a molded product, a volume change, etc. were not observed. There was no change of the rate of combustion before and behind a heat test.

[0030]By the composition ratio of PSAN15 shown in the two to example 5 table 1, BHT, BHT-NH<sub>3</sub>, and BHT and 2NH<sub>3</sub>, it examined like Example 1 and the result of Table 2 was obtained.

[0031]

Table 1 PSAN15 BHT BHT-NH<sub>3</sub> BHT and 2NH<sub>3</sub>-----Example

2 69.50% 10.13% - 20.29% Example 3 74.51% 2.75% 20.00% 2.75% Example 4 68.84%5.20% 20.76% 5.20% example 5 76.43% 23.57%[0032]

表 2

燃焼結果

	t Pmax	Pmax
実施例 2	6 0ms	8. 5MP a
実施例 3	5 0ms	8. 6MP a
実施例 4	4 4ms	8. 5MP a
実施例 5	1 5 0ms	8. 5MP a

[0033]Although the heat resistance test of 107 \*\*x 400 hours was done, it is a rate of weight loss. It was 0.02 % of the weight. Weld of a molded product, a volume change, etc. were not observed. There was no change of the rate of combustion before and behind a heat test.

[0034]The ammonium nitrate stable by saltpeter [ example 6 ammonium nitrate / ] = 85 / 15 (wt ratio) (PSAN15): 76.43%, and BHT and 2NH<sub>3</sub>:23.57% were enough mixed with the mortar,

and granulation was manufactured in accordance with the conventional method (A). Mean particle diameter It was 0.7 mm. When surface area/volume ratio was calculated by having regarded it as the ball, it was  $8.6 \text{ mm}^{-1}$ . The granulation of ATSN was manufactured similarly (B). Mean particle diameter was 0.75 mm. When surface area/volume ratio was calculated by having regarded it as the ball, it was  $8.0 \text{ mm}^{-1}$ . (A) It mixed by /(B) = 0.8 / 0.2 (WT ratio), and was considered as the generation-of-gas agent. As a result of doing a heat resistance test (107 \*\*x 400 hours) for this generation-of-gas agent, the rate of weight loss was 0.5 % of the weight. It did not dissolve at 110 \*\*.

[0035]The ammonium nitrate stable by saltpeter [ example 7 ammonium nitrate / ] = 85 / 15 (wt ratio) (PSAN15): 76.43%, and BHT and 2NH<sub>3</sub>:23.57% were enough mixed with the mortar, and the cylindrical molded product was manufactured in accordance with the conventional method (C). Surface area/volume ratio was  $3.0 \text{ mm}^{-1}$ . The granulation of ATSN was manufactured (D). Mean particle diameter was 0.75 mm. When surface area/volume ratio was calculated by having regarded it as the ball, it was  $8.0 \text{ mm}^{-1}$ . (C) It mixed by /(D) = 0.8 / 0.2

(WT ratio), and was considered as the generation-of-gas agent. As a result of doing the heat resistance test (107 \*\*x 400 hours) of this generation-of-gas agent, the rate of weight loss was 0.2 % of the weight. It did not dissolve at 110 \*\*.

[0036]The ammonium nitrate stable by saltpeter [ comparative example 1 ammonium nitrate / ] =85 / 15 (wt ratio) (PSAN15): 76.43%, and BHT and  $2\text{NH}_3$ :23.57% were enough

mixed with the mortar, and it fabricated with the hydraulic press. A cylindrical molded product 8 mm in diameter and 2.4 mm in height was obtained. About 1g of this molded product was weighed precisely, and was put into the cup made from aluminum. It did not burn, when carried out like Example 1 except for not having added ATSN.

[0037]Example 8PSAN15/BHT, and  $2\text{NH}_3$ /BHT- $\text{NH}_3$  / acid earth = by the weight ratio of 73.3/11.9/11.9/2.9. Wet blending was performed and it corned to 1 mm or less, and to the granulation obtained at 105 \*\* by carrying out a particle size regulation to 1 mm or less after about 15-hour desiccation, 0.4% of the weight of lubricant (graphite) was added, it mixed well, and the cylindrical molded product was obtained with the tableting machine. These 110 \*\* of molded products are dried further for 15 hours, and it is a diameter. About 6 mm, height About 1.7-mm cylindrical molded product generation-of-gas agent pellet (surface area/volume =  $1.843 \text{ mm}^{-1}$ ) was obtained. To the diameter 60-mm inflator provided with Squibb, the enhancer, the filter, and the diffuser. The above-mentioned generation-of-gas agent pellet 25.3 g, Nippon Kayaku make After sealing by welding by adding 1.33g of generation-of-gas agent ATSN(s) (diameter about 5-mm height about 2 mm surface area/volume =  $1.80 \text{ mm}^{-1}$ ), this inflator was installed and burned on 60L tank. The pressure-time curve of the combustion reaction was made to record on an oscilloscope, and data analysis was conducted with the personal computer.

Result: Desirable P-t curve with a Pmax(maximum pressure) =180kpa maximum combustion speed (rising speed) of 6.5 kpa/ms was obtained tPmax(time to reach maximum pressure) =56ms. 3.77 mol/100 g, and the gasification rate of the gas yield of the mixture of this molded product were 90.4%. Although the heat-resistant examination of 107 \*\*x 400 hours was done, they were 0.02 % of the weight of rates of weight loss. Weld of a molded product, a volume change, etc. were not observed. There was no change of the rate of combustion before and behind a heat test.

[0038]Example 9PSAN15/BHT and  $2\text{NH}_3$  / activated carbon / acid earth = by the weight ratio of 80.4/13.57/3.13/2.91. Wet blending was performed and it corned to 1 mm or less, and to the granulation obtained at 105 \*\* by carrying out a particle size regulation to 1 mm or less after about 15-hour desiccation, 0.4% of the weight of lubricant (graphite) was added, it mixed well, and the cylindrical molded product was obtained with the tableting machine. These 110 \*\* of molded products are dried further for 15 hours, and it is a diameter. About 6 mm and a cylindrical molded product generation-of-gas agent pellet (surface area/volume =  $1.843 \text{ mm}^{-1}$ ) about 1.7 mm high were obtained. To the diameter 60-mm inflator provided with Squibb, the enhancer, the filter, and the diffuser. The above-mentioned generation-of-gas agent pellet 23.5 g, Nippon Kayaku make After sealing by welding by adding 2.6g of generation-of-gas agent ATSN(s) (diameter about 5 mm [ About 2 mm ] height surface area/volume =  $1.80 \text{ mm}^{-1}$ ), this inflator was installed and burned on 60L tank. The pressure-time curve of the combustion reaction was made to record on an oscilloscope, and data analysis was conducted

with the personal computer.

Result: The desirable P-t curve with a Pmax(maximum pressure) =170kpa maximum combustion speed (rising speed) of 6.75 kpa/ms was obtained tPmax(time to reach maximum pressure) =62ms. 3.84 mol/100 g, and the gasification rate of the gas yield of the mixture of this molded product were 88.5%. Although the heat-resistant examination of 107 \*\*x 400 hours was done, they were 0.02 % of the weight of rates of weight loss. Weld of a molded product, a volume change, etc. were not observed. There was no change of the rate of combustion before and behind a heat test.

[0039]Example 10 ammonium-nitrate / diammine copper (II) nitrate =85/15 The generation-of-gas agent pellet was created as follows using PSAN (PSANCu15) stabilized by the weight ratio. PSANCu15/BHT and 2NH<sub>3</sub> / acid earth = by the weight ratio of 77.18/19.9/2.91. Wet blending was performed and it corned to 1 mm or less, and to the granulation obtained at 105 \*\* by carrying out a particle size regulation to 1 mm or less after about 15-hour desiccation, 0.4% of the weight of lubricant (graphite) was added, it mixed well, and the cylindrical molded product was obtained with the tableting machine. These 110 \*\* of molded products are dried further for 15 hours, and it is a diameter. About 6 mm, height About 1.7-mm cylindrical molded product generation-of-gas agent pellet (surface area/volume = 1.843 mm<sup>-1</sup>) was obtained. To the diameter 60-mm inflator provided with Squibb, the enhancer, the filter, and the diffuser. The above-mentioned generation-of-gas agent pellet 24.3 g, Nippon Kayaku make After sealing by welding by adding 1.3g of generation-of-gas agent ATSN(s) (diameter about 5 mm [ About 2 mm ] height surface area/volume = 1.80 mm<sup>-1</sup>), this inflator was installed and burned on 60L tank. The pressure-time curve of the combustion reaction was made to record on an oscilloscope, and data analysis was conducted with the personal computer.

Result: Desirable P-t curve with a Pmax(maximum pressure) =175kpa maximum combustion speed (rising speed) of 6.5 kpa/ms was obtained tPmax(time to reach maximum pressure) =58ms. 3.91 mol/100 g, and the gasification rate of the gas yield of the mixture of this molded product were 95.3%. Although the heat-resistant examination of 107 \*\*x 400 hours was done, they were 0.02 % of the weight of rates of weight loss. Weld of a molded product, a volume change, etc. were not observed. There was no change of the rate of combustion before and behind a heat test.

[0040]

[Effect of the Invention]Since can manufacture the generation-of-gas agent of this invention safely, and there are many gas yields as compared with the generation-of-gas agent constituent indicated so far, its gasification rate is high and combustion heat is low as the above result shows, it can contribute to the miniaturization of a gas generator.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2002-160992  
(P2002-160992A)

(43) 公開日 平成14年6月4日 (2002.6.4)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード (参考)
C 0 6 D 5/00		C 0 6 D 5/00	Z 3 D 0 5 4
B 0 1 J 7/00		B 0 1 J 7/00	A 4 G 0 6 8
B 6 0 R 21/26		B 6 0 R 21/26	
C 0 6 B 31/28		C 0 6 B 31/28	
43/00		43/00	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-243088 (P2001-243088)	(71) 出願人	000004086 日本化薬株式会社 東京都千代田区富士見1丁目11番2号
(22) 出願日	平成13年8月10日 (2001.8.10)	(72) 発明者	国方 賢治 兵庫県姫路市西中島296-3-201
(31) 優先権主張番号	特願2000-276902 (P2000-276902)	(72) 発明者	佐藤 英史 兵庫県姫路市豊富町御蔭3903-39
(32) 優先日	平成12年9月12日 (2000.9.12)	(72) 発明者	久保 大理 兵庫県姫路市北平野3丁目3-14
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(72) 発明者	池田 健治郎 兵庫県姫路市豊富町御蔭746-3
		Fターム (参考)	3D054 DD21 4G068 DA08 DB13

(54) 【発明の名称】 ガス発生剤

(57) 【要約】

【課題】 燃焼速度は速いが、着火性が悪い P S A N - B H T ・アンモニウム系のガス発生剤の、着火性を良好にする成形物の混合物の提供。

【解決手段】 P S A N - B H T アンモニウムを含有するガス発生剤の成形物と、硝酸ストロンチウム-5-アミノテトラゾールを含有するガス発生剤の成形物の混合物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも、a成分を含有するガス発生剤組成物Aの成形物A'及びb成分を含有するガス発生剤組成物Bの成形物B'からなり、a成分とb成分とは-40℃～120℃において相互作用を生じるものであることを特徴とするガス発生剤。

【請求項2】上記相互作用が、酸塩基反応、酸化還元反応によるガス発生現象及び／又は共融化による融点降下の為の融解現象を与える相互作用である請求項1に記載のガス発生剤。

【請求項3】成形物A'、B'のいずれもが、表面積／体積比が0.3～6mm<sup>-1</sup>である請求項1または2に記載のガス発生剤。

【請求項4】a成分が硝酸アンモニウムである請求項1～3のいずれかに記載のガス発生剤。

【請求項5】b成分が、5-アミノテトラゾール、5-アミノテトラゾール・金属塩、ニトログアニジン、硝酸グアニジンから選ばれる1種または2種以上である請求項1～4のいずれかに記載のガス発生剤。

【請求項6】ガス発生剤組成物Aが、相安定化硝安と、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール・モノアンモニウム塩及び5, 5'-ビ-1H-テトラゾール・ジアンモニウム塩から選ばれる1種または2種以上を含有する請求項1～5のいずれかに記載のガス発生剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、エアバッグ用ガス発生剤に関する。詳しくは、自動車等の交通機関に搭載された人体保護のために供せられるエアバッグシステムにおいて作動ガスとなる低残渣エアバッグ用ガス発生剤組成物成形物の混合物に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】現在、エアバッグシステムに用いられているガス発生剤としては、アジ化ナトリウムをベースとしているが、アジ化ナトリウムは、毒性が極めて強く、組成物の製造、廃棄の際に特別な取り扱いをする必要がある。従って、非アジ化ナトリウムのガス発生剤の研究が、盛んになり、多くの特許が出願されている。しかし、その多くは、ガス発生剤の燃焼速度を高める為、ガス発生剤を構成する酸化剤として、硝石、硝酸ナトリウム、硝酸ストロンチウム、過塩素酸カリ等多用され、その結果、燃焼残渣が多くなり、ガス化率が低くなっていた。エアバッグシステムのコンパクト化の要請に伴い、ガス発生剤としては、ガス化率のアップ、ガス発生量の増大、燃焼熱の低下が、望まれるようになった。硝酸アンモニウム(硝安)は、酸化剤として、完全燃焼すると、窒素、水のみを生成し、固体残渣は、生じないので、いずれの要求も満たされる酸化剤と考えられているが、多くの難問も抱えている。硝安は、燃料との

混合物は一般的に着火性が悪く燃焼速度が遅いか、もしくは、爆轟する性質を持っており取り扱いにくい。燃料としては米国特許5, 531, 941、5, 783, 773には、燃料として、硝酸トリアミノグアニジン(TAGN)が、米国特許5, 641, 938、5, 545, 272、特表平11-502497、WO98/04507には、ニトログアニジン(NQ)が、米国特許5, 872, 329には、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール、ジアンモニウム塩(BHT・2NH<sub>3</sub>)がそれぞれ提案されている。しかし、硝安との組み合わせで、TAGNは燃焼速度は速いものの、爆轟性があり、また、TAGNは染色体異常の毒性があり、使いづらい。また、NQは、やはり、着火性が良くなく、また、硝安と共融混合物を作り、硝安の融点より低くなり、結果として、耐熱性がやや劣ってくる。BHT・2NH<sub>3</sub>は、耐熱性は良好であるが、極めて着火性が悪い。BHT自身、BM式摩擦感度が1.6kgと極めて感度が高く、BHTの製造時に、事故の起こる可能性があり、市場より、調達できない。5-アミノテトラゾール(5ATZ)は、燃焼速度が速く、硝安との組み合わせでも、燃焼するが、5ATZは、硝安と共融混合物を作り、融点が下がって、107℃×400時間の耐熱試験に耐える保証がない。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】燃料と硝安からなるガス発生剤が、良好な着火性、充分な燃焼速度、高いガス化率、多いガス発生量、充分な耐熱性を要求されているが、以上述べたように、組み合わせられるべき、窒素含有化合物(燃料)が、いまだ、見出されていない。本発明は、このように組み合わせるのが困難な成分同士を用いながら、良好なガス発生剤を得ることを課題とするものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、本発明に至ったものである。即ち、本発明は、(1)少なくとも、a成分を含有するガス発生剤組成物Aの成形物A'及びb成分を含有するガス発生剤組成物Bの成形物B'からなり、a成分とb成分とは-40℃～120℃において相互作用を生じるものであることを特徴とするガス発生剤、(2)上記相互作用が、酸塩基反応、酸化還元反応によるガス発生現象及び／又は共融化による融点降下の為の融解現象を与える相互作用である(1)に記載のガス発生剤、(3)成形物A'、B'のいずれもが、表面積／体積比が0.3～6mm<sup>-1</sup>である(1)または(2)に記載のガス発生剤、(4)a成分が硝酸アンモニウムである(1)～(3)のいずれかに記載のガス発生剤、(5)b成分が、5-アミノテトラゾール、5-アミノテトラゾール・金属塩、ニトログアニジン、硝酸

グアニジンから選ばれる1種または2種以上である

(1)～(4)のいずれかに記載のガス発生剤、(6)ガス発生剤組成物Aが、相安定化硝安と、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール・モノアンモニウム塩及び5, 5'-ビ-1H-テトラゾール・ジアンモニウム塩から選ばれる1種または2種以上を含有する(1)～(5)のいずれかに記載のガス発生剤、に関する。

#### 【0005】

【発明の実施形態】本発明のガス発生剤は、少なくとも、a成分を含有するガス発生剤組成物Aの成形物A'及びb成分を含有するガス発生剤組成物Bの成形物B'からなり、a成分とb成分とは相互作用を生じするものである。a成分とb成分との相互作用とは、一緒に混合することにより、物性の変化などが生じて初期の燃焼特性が得られなくなるような作用を示す。この相互作用は本発明においては-40℃～120℃の範囲内で生じるものを意味し、-40℃以下の極低温や120℃以上の高温時において相互作用が生じようともガス発生剤の製造から使用にかけて問題となることはない。

【0006】具体的な相互作用としては、酸塩基反応、酸化還元反応及び共融化などが例示できる。酸塩基反応を生じるa, b成分としては種々のものがあるが、酸化剤としての硝安と燃料成分としての5-アミノテトラゾールカリウム塩との組み合わせなどが例示できる。硝安と5-アミノテトラゾールカリウム塩は一緒に混合すると、酸塩基反応により硝酸カリウムと5-アミノテトラゾールとアンモニアとなる。また、酸塩基反応により水を生成するような組み合わせも、本発明でいうところの相互作用に含まれる。酸化還元反応を起こすa, b成分としては種々のものがあり、火災を発生する燃焼反応の如き酸化還元反応から緩やかに時間をかけて起こる酸化還元反応まで含む。共融化を生じるa, b成分としては種々のものがあるが、例えば、硝安と5-アミノテトラゾールとの組み合わせでは108℃で、硝安と硝酸アミノグアニジンとの組み合わせでは、109℃でそれぞれ共融化による融点降下によって融解してしまう。

【0007】a, b成分を含有するガス発生剤組成物A, Bは、a, b成分を含め燃料成分及び酸化剤成分を含有するものであることが好ましい。例えば、ガス発生剤組成物Aは酸化剤成分だけ、ガス発生剤組成物Bは燃料成分だけである場合でもあって本発明においては成形物同士を組み合わせるため良好に燃焼するが、ガス発生剤組成物A, Bに燃料成分と酸化剤成分の双方が含まれていると単独で燃焼できるため、容易に着火させることができる。また、更にスラグ形成剤やバインダーなどの添加剤を加えることができる。

【0008】本発明で用いる燃料成分としては、含窒素化合物が好ましく、グアニジン誘導体、テトラゾール誘導体、ピテトラゾール誘導体、トリアゾール誘導体、ヒ

ドラジン誘導体、トリアジン誘導体、アゾジカルボンアミド誘導体、ジシアナミド誘導体、含窒素遷移金属錯体から成る群から選ばれる1種又は2種以上の混合物などが挙げられる。これらの具体例としては、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、5-アミノテトラゾール、ピテトラゾールジアンモニウム塩、5-オキソ-1, 2, 4-トリアゾール、シアノグアニジン、トリアミノグアニジン硝酸塩、トリヒドラジノトリアジン、ピウレット、アゾジカルボンアミド、ピウレア、カルボヒドラジド、カルボヒドラジド遷移金属錯体硝酸塩、萘酸ジヒドラジド、ヒドラジン金属錯体硝酸塩、ナトリウムジシアナミド、ビス(ジシアンジアミド)銅(Ⅰ)硝酸塩、5-アミノテトラゾールの銅錯体等を挙げることができる。

10

20

30

40

50

【0009】本発明に係わるガス発生剤組成物に用いられる酸化剤としては種々のものが使用できるが、アンモニウム、アンモニウム、アルカリ金属、アルカリ土類金属又は遷移金属から選ばれたカチオンを含む硝酸塩、亜硝酸塩、過塩素酸塩、塩素酸塩、水酸化物及び酸化物からなる群より選ばれる少なくとも1種の酸化剤が好ましく、その具体例として、硝酸アンモニウム(硝安)、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸マグネシウム、硝酸ストロンチウム、塩基性硝酸銅等が挙げられる。また、ジアンミン銅(Ⅰ)硝酸塩、ヘキサアンミンコバルト(Ⅰ)等の遷移金属錯体も使用できる。硝安は、硝石を5-20重量%添加して安定化した相安定化硝安(PSAN)が好ましい。また、遷移金属アミン硝酸塩、特にジアンミン銅(Ⅰ)硝酸塩、ジアンミン亜鉛(Ⅰ)硝酸塩、ジアンミンニッケル(Ⅰ)硝酸塩等で安定化したPSANや、その他の、物質で、安定化したPSANも使用できる。

【0010】本発明に係わるガス発生剤組成物中のスラグ形成剤の機能は、ガス発生剤組成物中の特に酸化剤成分の分解によって生成するアルカリ金属又はアルカリ土類金属の酸化物をミストとしてインフレータ外へ放出することを避けるため液状から固体状に変えて燃焼室内に止める機能であり、金属成分の違いによって最適化されたスラグ形成剤を選ぶことができる。

【0011】スラグ形成剤の具体例としては、酸性白土、シリカ、ベントナイト系、カオリン系等のアルミノケイ酸塩を主成分とする天然に産する粘土；合成マイカ、合成カオリナイト、合成スメクタイト等の人工的粘土；含水マグネシウムケイ酸塩鉱物の1種であるタルク等；アルミナ、水酸化アルミニウム等の少なくとも1種から選ばれたスラグ形成剤が挙げられ、これらの中では酸性白土、アルミナ又はシリカが好ましい。

【0012】本発明においてスラグ形成剤は必須ではないがガス発生剤組成物中に適量加えることは非常に効果がある。スラグ形成剤を加える場合の配合割合はガス発生剤組成物A, Bそれぞれについて1～20重量%の範囲で変えることができるが、好ましくは3～10重量%の範

困である。多すぎると線燃焼速度の低下及びガス発生効率の低下をもたらす、少なすぎるとスラグ形成能を十分発揮することができない。

【0013】本発明に係わるガス発生剤組成物中のバインダーは、組成物の燃焼挙動に大幅な悪影響を与えないものであれば何れでも使用可能である。本発明に用いられるバインダーの具体例としては、カルボキシメチルセルロースの金属塩、ヒドロキシエチルセルロース、酢酸セルロース、プロピオン酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、ニトロセルロース、微結晶性セルロース、ポリビニルアルコール、グアガム、澱粉等の多糖誘導体、ステアリン酸カルシウム、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸の金属塩、ポリビニルピロリドン等の有機バインダーまたは二硫化モリブデン、酸性白土、タルク、ベントナイト、ケイソウ土、カオリン、シリカ、アルミナ、合成ヒドロタルサイト等の無機バインダーが挙げられる。本発明においてバインダーは必須ではないがガス発生剤組成物中に適量加えることは非常に効果がある。バインダーを加える場合の配合割合はガス発生剤組成物A、Bそれぞれについて0～15重量%の範囲が好ましい。量的には多い側でより成型体の破壊強度が強くなるが、量が多いほど組成物中の炭素元素及び水素元素の数が増大し、炭素元素の不完全燃焼生成物である微量COガスの濃度が増大したり、線燃焼速度を低下させるため好ましくない。

【0014】また、本発明においてはガス発生剤組成物にガス発生剤の燃焼を調節するための燃焼調節剤を添加することができる。用いる燃焼調節剤としては、ガス発生剤の燃焼を調節できるものであればよいが、具体的には、酸化鉄、酸化ニッケル、酸化銅、酸化亜鉛、酸化マンガン、酸化クロム、酸化コバルト、酸化モリブデン、酸化バナジウム、酸化タングステン等の遷移金属酸化物や、活性炭、グラファイト、カーボンブラック等の炭素類等を例示することができる。燃焼速度調節剤の配合割合は、ガス発生剤組成物A、Bそれぞれに対して、通常0～10重量%、好ましくは0～5重量%である。

【0015】ガス発生剤組成物A、Bに燃料成分及び酸化剤を配合する場合、ガス発生剤組成物A、B各々単独で酸素バランスがとられている必要性は必ずしもなく、成形物A'、B'として混合しガス発生剤として酸素バランスが適当なものになっているようにすればよい。そのため、例えば、ガス発生剤組成物Aを酸素バランス負に、ガス発生剤組成物Bを酸素バランス正にして、成形物A'、B'を混合することにより酸素バランスを調整することができる。このため、ガス発生剤組成物Aとガス発生剤組成物Bの酸素バランスは適宜設定することができるが、 $-0.2 \sim -0.0\text{g/g}$ と $0.0 \sim +0.2\text{g/g}$ であることが好ましく、 $-0.1 \sim -0.0\text{g/g}$ と $0.0 \sim +0.1\text{g/g}$ であることが特に好ましい。

【0016】より具体的には、本発明に係わるガス発生

剤組成物A、B中の燃料成分としての含窒素化合物の配合割合は、分子式中の炭素元素、水素元素及びその他の酸化される元素の数によって異なるが、成形物A'、B'として混合しガス発生剤としたときに、通常10～70重量%の範囲になるように調整するのが好ましく、15～60重量%の範囲になるように調整するのが特に好ましい。一方、本発明に係わるガス発生剤組成物A、B中の酸化剤の配合割合は用いられる燃料成分その他の種類と量により絶対数値は異なるが、成形物A'、B'として混合しガス発生剤としたときに、30～90重量%の範囲になるように調整するのが好ましく、特に40～85重量%の範囲になるように調整するのが好ましい。

【0017】本発明のガス発生剤組成物A、Bは、燃料成分、酸化剤等を粉末状で混合する乾式法又は水や有機溶剤等の存在下で混合する湿式法により製造することができる。このガス発生剤組成物A、Bを成形物A'、B'とする成形方法としては、例えば、打錠機を用いて圧縮成形してペレットにしたり、ディスク成形機を用いて圧縮成形してディスクにしたり、ペレットやディスクを粉碎するか又はグラニューレータを用いて顆粒にしたり、圧伸機（押出成形機）を用いて押出成形（無孔、単孔、多孔）することができる。さらに、圧延してフィルム状又は板状に成型することもできる。

【0018】これらの成型方法は、ガス発生剤組成物の成型品に対して付与しようとする性質等にに応じて適宜選択することができる。例えば、圧縮成形法を適用した場合、成形にバインダーを必要としないか又は少量でよいので、燃焼性の低下がない傾向がある。また、押出成形法を適用した場合、ウェブが薄いものを成形することができる。圧縮成形法よりも容易であるので、燃焼速度の遅い組成でも成型品を得ることができる。さらに、押出成形法は成形が比較的短時間で済むため大量生産に向いている。また、燃焼速度が速い組成の場合は成型品のサイズを大きくできるために、より製造効率を上げることができる。そのほか、押出成形法を適用した場合には、無孔、単孔、多孔等の複雑な形状の成型品を製造できるため、種々の燃焼特性を付与することができる。

【0019】本発明のガス発生剤においては、前述のような相互作用を生じるa成分とb成分をそれぞれ含有するガス発生剤組成物AとBとを別々に成形し成形物A'、B'となし、これらを混合してガス発生剤とするものであり、これにより、a成分とb成分とが直接接触することを有効に抑えることができ、相互作用の低減を果たすことができる。これは、a成分とb成分との接触は成形物A'と成形物B'との成形物表面上におけるものに限られ、成形物内部にあるa成分とb成分とは接触することがないからである。このため、成形物の形状は重量（体積）あたりの表面積が小さいほうが有利であり、表面積/体積比が好ましくは $0.3 \sim 6\text{mm}^{-1}$ 、好ましくは $1.0 \sim 5.0\text{mm}^{-1}$ 、特に好ましくは $1.2 \sim$

4.  $0\text{ mm}^{-1}$  になるように調整するのがよい。また、成形物の形状は、体積あたりの表面積がもっとも小さい球形がよいが、成形等が困難である場合があるので、球形に近い形状である円柱形状が好ましい。

【0020】本発明のガス発生剤は、上記のように成形物A'、B'を混合することにより得られるものであるが、さらに別のガス発生剤組成物の成形物や、燃焼調整剤やスラグ成形剤などの添加剤などを成形物A'、B'の混合物に加えることもできる。別のガス発生剤組成物としては、ガス発生剤組成物A又はB中の成分と相互作用を生じるa成分、b成分以外の第3の成分（以下c成分と記す）を含有するガス発生剤組成物（以下ガス発生剤組成物Cを記す）を用いることができ、上記のa成分、b成分に関する説明に準じてガス発生剤組成物Cを成形物とし（以下成形物C'と記す）、成形物A'～C'を混合してガス発生剤とすることができる。なお、第4の成分（d成分）も同様である。

【0021】次に具体例として、a成分として相安定化硝安を、b成分としてテトラゾール類などを用いたガス発生剤を示しながら、更に詳細に説明する。前述したようにこの組み合わせでガス発生剤組成物を製造した場合、共融化による融点降下が生じ $120^{\circ}\text{C}$ 以下でPSANが溶解する。

【0022】ガス発生剤組成物Aは酸化剤成分として、相安定化硝安（PSAN）を主成分とするガス化率80%以上、好ましくは85%以上、更に好ましくは90%以上、特に好ましくは94%以上のガス発生剤組成物である。他の酸化剤成分としては、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硝酸ストロンチウム、過塩素酸カリウム、過塩素酸ナトリウム、過塩素酸アンモニウム、ジアンミン銅(II)硝酸塩、トリニトロリアンミンコバルト(III)等の遷移金属錯体等を添加してもよい。ガス発生剤組成物A中の酸化剤成分の量は、通常30-95重量%、好ましくは40-90重量%、より好ましくは50-80重量%である。また、酸化剤成分中のPSANの重量%は、通常40-100%、好ましくは70-100%である。燃料成分としては、硝安と組み合わせて、耐熱性が良好なものがよく、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール（BHT）、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール・ジアンモニウム塩（BHT・ $2\text{NH}_3$ ）、5, 5'-ビ-1H-テトラゾール・モノアンモニウム塩（BHT・ $\text{NH}_3$ ）、ニトログアニジン（NQ）、5-アミノテトラゾール・亜鉛塩、5-ヒドロキシテトラゾール、5-ヒドロキシテトラゾール・亜鉛塩、5-シアノテトラゾール、5-シアノテトラゾール・亜鉛塩、5-シアノテトラゾール・アンモニウム塩、5-ニトロテトラゾール、5-ニトロテトラゾール・アンモニウム塩、5-ニトロテトラゾール・亜鉛塩、5-ニトロアミノテトラゾール、5-ニトロアミノテトラゾール・亜鉛塩、5-カルバモイルテトラゾール、ビス（ジシアンジアミド）銅

(I)硝酸塩、5-アミノテトラゾールの銅錯体、カルボヒドラジド遷移金属錯体硝酸塩等から1種以上選択される。ガス発生剤組成物A中の燃料成分の量は、通常10-70重量%、好ましくは15-60重量%、より好ましくは20-50重量%である。また、燃焼速度を調節する為に、酸化鉄、酸化ニッケル、酸化銅、酸化亜鉛、酸化マンガン、酸化クロム、酸化チタン、酸化コバルト、酸化モリブデン、酸化タングステン、酸化バナジウム等の遷移金属酸化物や、活性炭等の燃焼速度調節剤をくわえてもよい。燃焼速度調節剤は、ガス発生剤組成物A中、通常0-10重量%、好ましくは0-5重量%である。

【0023】ガス発生剤組成物Bは酸化剤成分として、相安定化硝安（PSAN）を含有しないガス発生剤組成物であり、耐熱性が良好で、着火性が良く、燃焼速度が速く、燃焼持続性が良いガス発生剤の成形物である。また、窒素 $70\text{ kg/cm}^2$ 下、ストランド燃焼線速度が通常 $10\text{ mm/sec}$ 以上、好ましくは $20\text{ mm/sec}$ 以上、より好ましくは $30\text{ mm/sec}$ 以上、燃焼熱は $2000-6000\text{ J/g}$ 、好ましくは $2500-5000\text{ J/g}$ 、より好ましくは $3000-4500\text{ J/g}$ となるように調整しておくのがよい。酸化剤成分として、アルカリ金属硝酸塩、アルカリ土類金属硝酸塩、過塩素酸アルカリ、過塩素酸アンモニウム、塩基性金属硝酸塩から1種以上選択できる。例えば、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸ストロンチウム、過塩素酸カリウム、過塩素酸ナトリウム、過塩素酸アンモニウム、塩基性硝酸銅等が挙げられる。酸化剤成分の量はガス発生剤組成物B中、通常30-90重量%、好ましくは40-80重量%、より好ましくは50-70重量%である。燃料成分としては、主燃料となる第1燃料成分と助燃料となる第2燃料成分を用いることが好ましい。第1燃料成分としては、硝安と組み合わせられたとき、共融化による融点降下やガス発生等が生じる5-アミノテトラゾール、5-アミノテトラゾール・カリウム塩、5-アミノテトラゾール・ナトリウム塩等のテトラゾール類、3-アミノ-1, 2, 4-トリアゾール、3-アミノ-5-ニトロ-1, 2, 4-トリアゾール等のトリアゾール類、ニトログアニジン、硝酸グアニジン、硝酸アミノグアニジン、硝酸ジアミノグアニジン、硝酸トリアミノグアニジン等のグアニジン類等が挙げられる。これらより、1種以上選択できる。第2燃料成分として、燃焼速度を増加させる為に、次に挙げる燃料を1種以上、加えてもよい。即ち、5-ニトロ-1, 2, 4-トリアゾール-3-オン、3-ニトロアミノ-1, 2, 4-トリアゾール、3-ニトロ-1, 2, 4-トリアゾール等のトリアゾール類、5-アミノテトラゾール・亜鉛塩、5-アミノテトラゾール・マグネシウム塩、5-ヒドロキシテトラゾール、5-ヒドロキシテトラゾール・カリウム塩、5-ヒドロキシテトラゾール・ナトリウム塩、5-

ヒドロキシテトラゾール・亜鉛塩、5-ヒドロキシテトラゾール・マグネシウム塩、5-ニトロテトラゾール、5-ニトロテトラゾール・カリウム塩、5-ニトロテトラゾール・ナトリウム塩、5-ニトロテトラゾール・亜鉛塩、5-ニトロテトラゾール・マグネシウム塩、5-ニトロテトラゾール・アンモニウム塩、5-ニトロアミノテトラゾール、5-ニトロアミノテトラゾール・カリウム塩、5-ニトロアミノテトラゾール・ナトリウム塩、5-ニトロアミノテトラゾール・亜鉛塩、5-ニトロアミノテトラゾール・マグネシウム塩、5-シアノテトラゾール、5-シアノテトラゾール・カリウム塩、5-シアノテトラゾール・ナトリウム塩、5-シアノテトラゾール・亜鉛塩、5-シアノテトラゾール・マグネシウム塩、5-シアノテトラゾール・アンモニウム塩、5-カルバモイルテトラゾール等のテトラゾール類、ビス(ジシアンジアミド)銅(I)硝酸塩、5-アミノテトラゾールの銅錯体、カルボヒドラジド遷移金属錯体硝酸塩等が挙げられる。ガス発生剤組成物B中の燃料成分の量は、通常10-70重量%、好ましくは20-60重量%、より好ましくは30-50重量%である。また、燃焼速度を調節する為に、酸化鉄、酸化ニッケル、酸化銅、酸化亜鉛、酸化マンガン、酸化クロム、酸化コバルト、酸化モリブデン、酸化タングステン、酸化バナジウム等の遷移金属酸化物や、活性炭、グラファイト、カーボンブラック等の炭素類をくわえてもよい。燃焼速度調節剤は、ガス発生剤組成物B中、通常0-10重量%、好ましくは0-5重量%である。

【0024】更に、上記のガス発生剤組成物A、Bの具体的組み合わせ例を次に示す。

1) ガス発生剤組成物A: PSAN、BHT・2NH<sub>3</sub>  
ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、5-アミノテトラゾール

2) ガス発生剤組成物A: PSAN、BHT・NH<sub>3</sub>  
ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、5-アミノテトラゾール

3) ガス発生剤組成物A: PSAN、NQ  
ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、5-アミノテトラゾール

4) ガス発生剤組成物A: PSAN、BHT・NH<sub>3</sub>、BHT・2NH<sub>3</sub>  
ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、NQ、硝酸ゲアニジン

5) ガス発生剤組成物A: PSAN、BHT・2NH<sub>3</sub>  
ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、5-アミノテトラゾール・カリウム塩

6) ガス発生剤組成物A: PSAN、5-ヒドロキシテトラゾール

ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、5-アミノテトラゾール、硝酸ゲアニジン

7) ガス発生剤組成物A: PSAN、BHT・2NH<sub>3</sub>

ガス発生剤組成物B: 硝酸ストロンチウム、塩基性硝酸銅、硝酸ゲアニジン

【0025】上記のガス発生剤組成物A、Bを成形し成形物A'、B'とした後、混合しガス発生剤を得る。ガス発生剤中の成形物A'の割合は、通常50-99重量%、好ましくは50-95重量%、より好ましくは70-93重量%、特に好ましくは80-90重量%であり、成形物B'の割合は、通常1-50重量%、好ましくは5-50重量%、より好ましくは7-30重量%、特に好ましくは10-20重量%である。

【0026】上記の成形物A'、B'に加えて第3のガス発生剤組成物の成形物を用いてガス発生剤とすることができる。第3のガス発生剤組成物としては燃焼性向上、発生ガス中のNO<sub>x</sub>、CO等の低減を目的にした組成物の成形物を用いることが好ましい。また、ガス発生剤の性能を高める補助的な化合物、あるいは、組成物でもよい。

【0027】通常、成形物A'、B'は、均一に混合してガス発生剤とするが、成形物A'、B'間に着火性などの燃焼特性に差がある場合、ガス発生剤へ不均一に充填することにより、従来の1種の組成物からなるガス発生剤では不可能であった燃焼調整が可能となる。例えば、上記の具体例ではガス発生剤組成物Bはガス発生剤組成物Aに比べて着火性がよいので、ガス発生剤の点火器の近くにより多く配置することにより、ガス発生剤の作動時におけるガス発生剤の着火燃焼を全体的に早めることができる。

【0028】

【実施例】以下に実施例及び比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。尚、例中の%は特記しないかぎり重量%である。

【0029】実施例1

硝安/硝石=85/15(wt比)で安定化した硝安(PSAN15):74.51%、BHT・NH<sub>3</sub>:25.49%を乳鉢で充分混合し、油圧プレスにより成形した。直径8mm、高さ2.4mmの円柱状成形物が得られた。(表面積/体積=1.33mm<sup>-1</sup>)。燃焼実験は、ガス発生剤評価用の40ccステンレススチール製ポンプを使用した。直径11mmのオリフィスの上に置かれた約2.6ccのアルミ製のカップに、上記円柱状成形物を、約0.8gを精秤して加え、更に、日本化薬製ガス発生剤ATS N(5-アミノテトラゾール/硝酸ストロンチウム系、直径5mm、高さ1.5mmの円柱状成形物(表面積/体積=2.13mm<sup>-1</sup>))約0.2gを精秤して加えた。その後、日本化薬製スクイブ(ジルコニウム/過塩素酸カリウム系):スクイブ(薬量0.24g)で着火した。燃焼反応の圧力-時間曲線をオシロスコープに記録させ、パソコンにてデータ解析を行なった。

結果：t Pmax（最大圧力に到達する時間）= 78 ms、Pmax（最大圧力）= 8.1 MPa  
107℃×400時間の耐熱性の試験をおこなったが、重量減少率 0.02重量%であった。成形物の融着、体積変化等は観察されなかった。耐熱試験の前後で、燃焼速度の変化は無かった。

\*

表1

	PSAN15	BHT	BHT・NH <sub>3</sub>	BHT・2NH <sub>3</sub>
実施例2	69.50%	10.13%	-	20.29%
実施例3	74.51%	2.75%	20.00%	2.75%
実施例4	68.84%	5.20%	20.76%	5.20%
実施例5	76.43%			23.57%

【0032】

表2

燃焼結果

	t Pmax	Pmax
実施例2	60ms	8.5MPa
実施例3	50ms	8.6MPa
実施例4	44ms	8.5MPa
実施例5	150ms	8.5MPa

【0033】107℃×400時間の耐熱性試験をおこなったが、重量減少率 0.02重量%であった。成形物の融着、体積変化等は観察されなかった。耐熱試験の前後で、燃焼速度の変化は無かった

【0034】実施例6

硝安／硝石=85／15（wt比）で安定化した硝安（PSAN15）：76.43%、BHT・2NH<sub>3</sub>：23.57%を乳鉢で充分混合し、常法に従い、顆粒を製造した（A）。平均粒径 0.7mmであった。球と見なして、表面積／体積比を計算すると、8.6mm<sup>-1</sup>であった。同様にしてATSNの顆粒を製造した（B）。平均粒径が0.75mmであった。球と見なして、表面積／体積比を計算すると、8.0mm<sup>-1</sup>であった。（A）／（B）=0.8／0.2（WT比）で混合しガス発生剤とした。このガス発生剤を耐熱性試験（107℃×400時間）をおこなった結果、重量減少率が0.5重量%であった。また、110℃では溶解しなかった。

【0035】実施例7

硝安／硝石=85／15（wt比）で安定化した硝安（PSAN15）：76.43%、BHT・2NH<sub>3</sub>：23.57%を乳鉢で充分混合し、常法に従い、円柱状成形物を製造した（C）。表面積／体積比は、3.0mm<sup>-1</sup>であった。ATSNの顆粒を製造した（D）。平均粒径が0.75mmであった。球と見なして、表面積／体積比を計算すると、8.0mm<sup>-1</sup>であった。（C）／（D）=0.8／0.2（WT比）で混合しガス発生剤とした。このガス発生剤の耐熱性試験（107

\*【0030】実施例2-5

表1に示す、PSAN15、BHT、BHT・NH<sub>3</sub>、BHT・2NH<sub>3</sub>の組成比で、実施例1と同様に試験を行い、表2の結果を得た。

【0031】

℃×400時間）をおこなった結果、重量減少率が0.2重量%であった。また、110℃では溶解しなかった。

【0036】比較例1

硝安／硝石=85／15（wt比）で安定化した硝安（PSAN15）：76.43%、BHT・2NH<sub>3</sub>：23.57%を乳鉢で充分混合し、油圧プレスにより成形した。直径8mm、高さ2.4mmの円柱状成形物が得られた。この成形物を約1g精秤し、アルミ製のカップに入れた。ATSNを加えなかったことを除いて、実施例1と同様に行なったところ、燃焼しなかった。

【0037】実施例8

PSAN15／BHT・2NH<sub>3</sub>／BHT・NH<sub>3</sub>／酸性白土=73.3／11.9／11.9／2.9の重量比で、湿式混合を行い、1mm以下に造粒し、105℃で約15時間乾燥後、1mm以下に整粒し、得られた顆粒に対し、0.4重量%の滑剤（グラファイト）を添加し、よく混合して、打錠機で、円柱状成形物を得た。該成形物を更に、110℃、15時間、乾燥し、直径約6mm、高さ約1.7mmの円柱状成形物ガス発生剤ペレット（表面積／体積=1.843mm<sup>-1</sup>）を得た。スクイブ、エンハンサー、フィルター、ディフューザーを備えた直径60mmインフレータに、上記ガス発生剤ペレット 25.3g、日本化薬製 ガス発生剤

ATSN（直径約5mm 高さ約2mm 表面積／体積=1.80mm<sup>-1</sup>）を 1.33g加え、溶接を行うことにより、密閉した後、60Lタンクに該インフレータを設置し、燃焼させた。燃焼反応の圧力-時間曲線をオシロスコープに記録させ、パソコンにてデータ解析を行なった。

結果：t Pmax（最大圧力に到達する時間）=56 ms、Pmax（最大圧力）=180 kpa  
最大燃焼速度（ライジング速度） 6.5 kpa/ms  
の望ましい P-tカーブが得られた。該成形物の混合物のガス発生量は、3.77mol/100g、ガス化率は、90.4%であった。107℃×400時間の耐熱性の試験をおこなったが、重量減少率 0.02重量

%であった。成形物の融着、体積変化等は観察されなかった。耐熱試験の前後で、燃焼速度の変化は無かった。

#### 【0038】実施例9

PSAN15/BHT・2NH<sub>3</sub>/活性炭/酸性白土=80.4/13.57/3.13/2.91の重量比で、湿式混合を行い、1mm以下に造粒し、105℃で約15時間乾燥後、1mm以下に整粒し、得られた顆粒に対し、0.4重量%の滑剤（グラファイト）を添加し、よく混合して、打錠機で、円柱状成形物を得た。該成形物を更に、110℃、15時間、乾燥し、直径 約6mm、高さ約1.7mmの円柱状成形物ガス発生剤ペレット（表面積/体積=1.843mm<sup>-1</sup>）を得た。スクイブ、エンハンサー、フィルター、ディフューザーを備えた直径 60mmインフレーターに、上記ガス発生剤ペレット 23.5g、日本化薬製 ガス発生剤 ATSN（直径 約5mm 高さ 約2mm 表面積/体積=1.80mm<sup>-1</sup>）を 2.6g加え、溶接を行うことにより、密閉した後、60Lタンクに該インフレーターを設置し、燃焼させた。燃焼反応の圧力-時間曲線をオシロスコープに記録させ、パソコンにてデータ解析を行なった。

結果：tPmax（最大圧力に到達する時間）=62ms、Pmax（最大圧力）=170kpa  
最大燃焼速度（ライジング速度） 6.75kpa/ms  
の望ましいP-tカーブが得られた。該成形物の混合物のガス発生量は、3.84mol/100g、ガス化率は、88.5%であった。107℃×400時間の耐熱性の試験をおこなったが、重量減少率 0.02重量%であった。成形物の融着、体積変化等は観察されなかった。耐熱試験の前後で、燃焼速度の変化は無かった。

#### 【0039】実施例10

硝安/ジアンミン銅(II)硝酸塩=85/15 重量比で安定化させたPSAN（PSANCu15）を使ってつ

ぎのように、ガス発生剤ペレットを作成した。PSANCu15/BHT・2NH<sub>3</sub>/酸性白土=77.18/19.9/2.91の重量比で、湿式混合を行い、1mm以下に造粒し、105℃で約15時間乾燥後、1mm以下に整粒し、得られた顆粒に対し、0.4重量%の滑剤（グラファイト）を添加し、よく混合して、打錠機で、円柱状成形物を得た。該成形物を更に、110℃、15時間、乾燥し、直径 約6mm、高さ 約1.7mmの円柱状成形物ガス発生剤ペレット（表面積/体積=1.843mm<sup>-1</sup>）を得た。スクイブ、エンハンサー、フィルター、ディフューザーを備えた直径 60mmインフレーターに、上記ガス発生剤ペレット 24.3g、日本化薬製 ガス発生剤 ATSN（直径 約5mm 高さ 約2mm 表面積/体積=1.80mm<sup>-1</sup>）を 1.3g加え、溶接を行うことにより、密閉した後、60Lタンクに該インフレーターを設置し、燃焼させた。燃焼反応の圧力-時間曲線をオシロスコープに記録させ、パソコンにてデータ解析を行なった。

結果：tPmax（最大圧力に到達する時間）=58ms、Pmax（最大圧力）=175kpa  
最大燃焼速度（ライジング速度） 6.5kpa/ms

の望ましい P-t カーブが得られた。該成形物の混合物のガス発生量は、3.91mol/100g、ガス化率は、95.3%であった。107℃×400時間の耐熱性の試験をおこなったが、重量減少率 0.02重量%であった。成形物の融着、体積変化等は観察されなかった。耐熱試験の前後で、燃焼速度の変化は無かった。

#### 【0040】

【発明の効果】以上の結果が示す通り、本発明のガス発生剤は、これまでに開示されたガス発生剤組成物に比較して、安全に製造でき、且つ、ガス発生量が多く、ガス化率が高く、燃焼熱が低いので、ガス発生器の小型化に貢献できる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C06D 5/06

識別記号

FI

C06D 5/06

メモト(参考)